

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

0 218 934
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 86112752.0

(51) Int. Cl.⁴ D06L 1/20

(22) Anmeldetag: 16.09.86

(30) Priorität: 12.10.85 DE 3536537

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
22.04.87 Patentblatt 87/17

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR

(71) Anmelder: Wolff Walsrode Aktiengesellschaft
Postfach
D-3030 Walsrode 1(DE)

(72) Erfinder: Kirchner, Hans-Gert
Kirchweg 8
D-3036 Bomlitz(DE)
Erfinder: Wahle, Bernd, Dr.
Hasselstrasse 35a
D-4044 Kaarst 2(DE)

(74) Vertreter: Zobel, Manfred, Dr. et al
c/o BAYER AG Konzernverwaltung RP
Patentabteilung Bayerwerk
D-5090 Leverkusen(DE)

(54) Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose.

(57) Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose, indem man das regenerierte Celluloseprodukt durch mindestens ein Waschsegment führt, wo es zunächst mit Hilfe eines Abquetschelementes ausgequetscht und dann bei gleichzeitiger Umlenkung über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom geführten Washwasser ausgewaschen wird.

EP 0 218 934 A2

Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur rascheren Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose, in dem das zu reinigende Produkt mindestens ein Waschsegment durchläuft, wo es zunächst mit Hilfe von Abquetschelementen ausgedrückt und anschließend über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom fließenden Waschmedium ausgewaschen wird.

Es ist bekannt, daß bei den üblichen Trockenspinnverfahren die Festkörperbildung durch Verdampfen des Lösungsmittels beispielsweise in einem Trockenschacht erfolgt, während beim Naßspinnverfahren das Lösungsmittel durch Verdünnung, Ausspülung, Neutralisation usw. entzogen und das gelöste Polymere so zur Ausfällung gebracht und anschließend durch Auswaschen gereinigt wird.

So schließt sich auch an die Koagulation von Cellulose-Xanthogenat, die durch Neutralisation der Lösungsnatronlauge durch Schwefelsäure hervorgerufen wird, die Rückbildung der Cellulose durch saure Hydrolyse an (Regeneratcellulose). Dabei entstehen neben gasförmigen Verbindungen wie Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff auch merkliche Mengen an Salzen, insbesondere Natriumsulfat, die zusammen mit dem Regenerationsmittel Schwefelsäure und Bestandteilen des Fällbades in der Cellulose verbleiben und durch anschließende Wäsche entfernt werden müssen.

Das vollständige Auswaschen aller Begleitsubstanzen ist besonders wichtig bei Celluloseprodukten, die als Bedarfsgegenstände mit Lebensmitteln in Berührung kommen, wie beispielsweise als Verpackungsfolie oder Kunstdärme.

Üblicherweise werden regenerierte Celluloseprodukte entweder in einer senkrechten Anordnung (Senkrechtwäsche), bei der die auf- und ablaufenden Endlosmaterialbahnen oben mit Wasser besprüht werden, wobei an den unteren Umlenkpunkten Salz- und Säure-beladenes Wasser abfließt oder in waagerechten Waschbädern (Wannenwäsche), die oft in mehreren Etagen übereinander angeordnet sind, mit Wasser im Gegenstrom ausgewaschen.

Beide Systeme weisen erhebliche Nachteile auf. Sowohl bei der Senkrecht- als auch bei der Wannenwäsche laufen rein diffusionsgesteuerte Vorgänge ab. Das hat zur Folge, daß zunächst bei hohen Konzentrationen an auszuwaschenden Bestandteilen der Stoffaustausch schnell vonstatten geht und daher nur kurze Waschstrecken notwendig sind, während mit abnehmenden Konzentrationen wegen des geringen Stoffaustausches die Waschstrecken erheblich länger ausgelegt werden müssen. Rückstände von weniger als 1 g Salz pro

100 g Cellulose sind nur mit großem Aufwand zu erreichen.

Um die geforderten hohen Auswaschgrade zu erreichen, sind daher sowohl bei der Senkrecht- als auch bei der Wannenwäsche erhebliche Mengen an Energie, Wasser und umbautem Raum notwendig.

Ziel der vorliegenden Erfindung war es daher, ein effizienteres Auswaschverfahren für regenerierte Celluloseprodukte zur Verfügung zu stellen, um schließlich damit eine Erhöhung der Produktionsgeschwindigkeit zu erzielen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose, vorzugsweise Zellglasfolien oder Kunstdärme, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man das regenerierte Celluloseprodukt durch mindestens ein Waschsegment führt, wo es zunächst mit Hilfe eines Abquetschelementes ausgequetscht und dann bei gleichzeitiger Umlenkung über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom geführten Waschwasser ausgewaschen wird.

Je nach dem gewünschten Reinigungsgrad der Celluloseprodukte sollten ein oder mehrere Waschsegmente durchlaufen werden, wobei die einzelnen Waschsegmente in einem gemeinsamen Behälter zusammengefaßt oder jedes für sich hinter oder übereinander aufgereiht sein können. Wie Fig. 1 zeigt, sollte jedes dieser Waschsegmente (6) mit einem Abquetschelement (1) ausgerüstet sein, dessen Liniendruck mit den üblichen Methoden (Hydraulik, Federdruck usw.) einstellbar ist. Vorzugsweise sollte das Abquetschelement aus einem Walzenpaar bestehen, wobei zumindest eine der Walzen einen elastischen Überzug aufweisen soll. Zweckmäßigerweise wählt man daher eine Kombination aus einer oberen harten Walze und einer unteren gummi belegten Walze wie z.B. eine Kombination aus einer oberen Walze aus Edelstahl und einer unteren Walze mit einem Hartgummiüberzug mittlerer Shore-Härte. In jedem Waschsegment (6) ist mindestens ein Umlenkelement (2), vorzugsweise eine Umlenkrolle vorhanden, wobei mit der Zahl der Umlenkelemente die Verweilzeit des auszuwaschenden Produktes verlängert werden kann. Das Waschwasser (7) wird in Gegenströmung zur Laufrichtung des auszuwaschenden Produkts (3) geführt. Im Falle eines gemeinsamen Behälters für die einzelnen Waschsegmente wird dies durch Strömungsleitbleche (5) sichergestellt.

Die Abquetschelemente (1) können an der Eintrittseite zusätzlich mit Frischwasserdüsen (4) bestückt werden, die das bei der Abquetschung

austretende stark salzbeladene Wasser, das zum Teil an dem Produkt (3) abläuft, wegspülen.

Beim Abquetschvorgang sollten je nach der Dicke des zu reinigenden Produktes Liniendrucke von 1 bis 1.000 N pro cm angewendet werden. Die Verweilzeit zwischen aufeinanderfolgenden Abquetschelementen sollte so eingestellt werden, daß das saugfähige Produkt durch Aufnahme von frischem Wasser einen hohen Quellungszustand erreicht. Bekannterweise kann die Verweilzeit durch die Maschinengeschwindigkeit, aber auch durch die Zahl der Umlenkelemente, vorzugsweise Umlenkrollen, und der Dimension der Waschsegmente gesteuert werden. Die Sauggeschwindigkeit des Materials wird bekannterweise durch die Temperatur des Waschwassers beeinflusst. Bei Cellulose-Regeneratprodukten, vorzugsweise bahnförmigen Materialien oder flachgelegten schlauchförmigen Hüllen wie künstlichen Wursthüllen, sind Liniendrucke von 100 bis 500 N pro cm bevorzugt. Aufgrund der hohen Saugfähigkeit dieser Materialien können relativ kurze Verweilzeiten von unter 10 Sekunden zur Erreichung der maximalen möglichen Wasseraufnahme ausreichen.

Das erfindungsgemäße Reinigungsverfahren gestattet, unter erheblicher Reduzierung von Anlagengröße, Wasser und Energiebedarf Auswaschgrade zu erreichen, die denen des Standes der Technik überlegen sind. Darüber hinaus ist es möglich, dadurch die Produktionsgeschwindigkeit deutlich zu erhöhen.

In den folgenden Beispielen werden Cellulose-Schläuche gereinigt, die bekannterweise durch Beschichten eines zu einem Schlauch geformten Faserpapiers mit Viskose und nachfolgender Koagulation und Regeneration in einem stark salz- und säurehaltigen Fällbad hergestellt wurden. Die in den Beispielen eingesetzten Waschsegmente weisen jeweils drei Umlenkrollen, eine Grundfläche von 50 x 50 cm und eine Höhe von 75 cm, gemessen zwischen unterer Umlenkrolle und Abquetschwalzen, auf.

Beispiel 1

Der aus der Vorreinigungswanne austretende Kunstdarm aus regenerierter Cellulose mit einer Beladung von 0,5 bis 0,7 g Salz pro g Cellulose wird mit den ersten Abquetschrollen bei einem Liniendruck von 120 N/cm abgepreßt und durchläuft mit einer Geschwindigkeit von 7,5 m/min fünf Waschsegmente mit einer Gesamtwaschstrecke von 12,5 m. Die Wassertemperatur beträgt 40° C, der Durchsatz 25 l/min. Am Ende der Waschstrecke weist der Kunstdarm einen Restsalzgehalt von durchschnittlich <0,001 g Salz pro g Cellulose auf, bestimmt als noch mit Wasser herauslösbarer Rest.

Beispiel 2

Entsprechend Beispiel 1 wird ein Kunstdarm aus regenerierter Cellulose mit einer Salzbeladung von 0,8 bis 1 g Salz pro g Cellulose in fünf Waschsegmenten mit einer Geschwindigkeit von 10 m/min gereinigt. Der Restsalzgehalt nach der Reinigung beträgt 0,002 g Salz pro g Cellulose.

Beispiel 3

Entsprechend Beispiel 1 und 2 wird ein Kunstdarm aus regenerierter Cellulose gereinigt, wobei der Wasserdurchsatz auf 60 l/min erhöht wird. Der Restsalzgehalt beträgt durchschnittlich 0,0015 g Salz pro g Cellulose.

Beispiel 4

Entsprechend Beispiel 3 wird ein Darm mit einer Salzbeladung von 1,2 bis 1,4 g Salz pro g Cellulose mit einer Geschwindigkeit von 15 m/min in sieben Waschsegmenten entsprechend einer Gesamtwaschstrecke von 17,5 m gereinigt. Der Restsalzgehalt beträgt durchschnittlich 0,0025 g Salz pro g Kunstdarm.

Beispiele

	Maschinen- geschwindigkeit m/min	Waschwasser Durchsatz l/min	Waschwasser mittl. Temp. °C	Strecke m	Wäsche Verweil- zeit s	Zahl der Wasch- segmente	durchschnittlicher Restsaalgehalt = $\frac{\text{g Sulfat}}{\text{g Kunstdarm}}$
1	7,5	25	40	12,5*	100 s	5	<0,001
2	10	25	40	12,5*	75 s	5	0,002
3	10	60	40	12,5*	75 s	5	0,0015 1 ∞
4	15	60	40	17,5*	70 s	7	0,0025 1

* bei 2,5 m/Waschsegment,

Liniendruck: 120 N/cm

Ansprüche

1. Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose, insbesondere Zellglasfolien oder Kunstdärme, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man das regenerierte Celluloseprodukt durch mindestens ein Waschsegment führt, wo es

zunächst mit Hilfe eines Abquetschelementes ausgequetscht und dann bei gleichzeitiger Umlenkung über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom geführten Waschwasser ausgewaschen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Abquetschelemente Walzenpaare und als Umlenkelemente Umlenkrollen verwendet werden.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

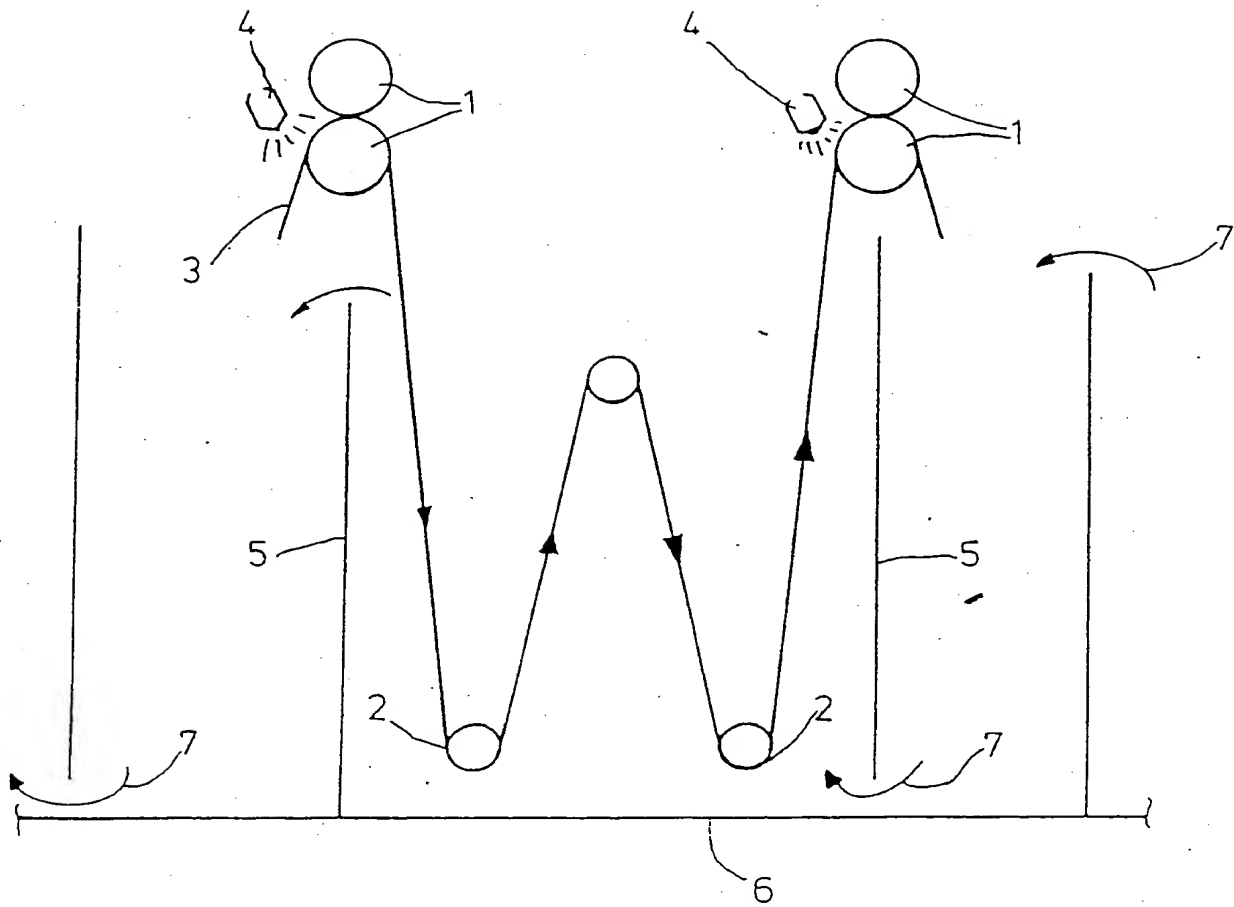


FIG. 1

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

**0 218 934
A3**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21)

Anmeldenummer: 86112752.0

(51)

Int. Cl.⁴: D06L 1/20

(22)

Anmeldetag: 16.09.86

(30)

Priorität: 12.10.85 DE 3536537

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
22.04.87 Patentblatt 87/17

(64)

Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR

(68)

Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: 14.09.88 Patentblatt 88/37

(71)

Anmelder: Wolff Walsrode Aktiengesellschaft
Postfach
D-3030 Walsrode 1(DE)

(72)

Erfinder: Kirchner, Hans-Gert
Kirchweg 8
D-3036 Bomlitz(DE)
Erfinder: Wahle, Bernd, Dr.
Hasselstrasse 35a
D-4044 Kaarst 2(DE)

(74)

Vertreter: Zobel, Manfred, Dr. et al
c/o BAYER AG Konzernverwaltung RP
Patentabteilung Bayerwerk
D-5090 Leverkusen(DE)

(54)

Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose.

(57)

Verfahren zur Reinigung von Produkten aus regenerierter Cellulose, indem man das regenerierte Celluloseprodukt durch mindestens ein Waschsegment führt, wo es zunächst mit Hilfe eines Abquetschelementes ausgequetscht und dann bei gleichzeitiger Umlenkung über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom geführten Waschwasser ausgewaschen wird.

EP 0 218 934 A3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 86 11 2752

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
A	FR-A-2 317 410 (E.M. MOGILEVSKY) * Seite 1; Zeilen 6-16; Seite 2, Zeilen 5-19; Anspruch 4; Figuren 1,2 *	1-2	D 06 L 1/20
A	US-A-3 972 209 (A.T. SERKOV et al.) * Patentansprüche, Figuren 1,2; Spalte 1, Zeilen 12-20; Spalte 4, Zeilen 24-44 *	1-2	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
			D 06 L 1/00 D 06 M 1/00 D 06 B 1/00 D 06 B 3/00 D 06 B 15/00 D 06 B 23/00
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 17-05-1988	Prüfer LI VOTI
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		I : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	